

DELPHION

[Log Out](#) [Work Files](#) [Saved Searches](#)

RESEARCH

My Account

PRODUCTS

INSIDE DELPHION

Search: Quick/Number Boolean Advanced Derwent Help

No active trail

[Selector](#)

[Stop Tracking](#)

The Delphion Integrated View

Buy Now: <input checked="" type="checkbox"/> PDF File History Other choices	Tools: Add to Work File: Create new Work File Add
View: INPADOC Jump to: Top	Go to: Derwent <input checked="" type="checkbox"/> Email this to a friend

Title: JP57184430A2: HIGH CONC.N. LOW VISCOSITY CALCIUM CARBONATE AQUEOUS DISPERSION AND COATING COMPOSITION THEREFOR

Derwent Title: Conc. aq. calcium carbonate dispersion - having low viscosity, used to prepare coating compsn. [[Derwent Record](#)]

Country: JP Japan
Kind: A

Inventor: FURUSAWA YONEMASA;
TSUKISAKA RYOGO;
KANAGUCHI TOSHIO;
NOBUHARA MASAAKI;

Assignee: SHIRAISHI CHUO KENKYUSHO:KK
[News, Profiles, Stocks and More about this company](#)

Published / Filed: 1982-11-13 / 1981-05-07

Application Number: JP1981000069140

IPC Code: Advanced: [B01F 17/00](#); [B01F 17/52](#); [B01J 13/00](#); [C09D 1/00](#); [D21H 19/38](#);
Core: [D21H 19/00](#); more...

IPC-7: [B01F 17/00](#); [B01F 17/52](#); [B01J 13/00](#); [C09D 1/00](#); [D21H 1/22](#);

Priority Number: 1981-05-07 JP1981000069140

Abstract: PURPOSE: To obtain the high concn. low viscosity calcium carbonate aqueous dispersion by compounding a dispersant and an inorg. electrolyte to two kinds of calcium carbonates which have specific uniform particle sizes and a particle shapes respectively and of which particle sizes are differet to



[View Image](#)

1 page

each other.







CONSTITUTION: To 100pts.wt. mixed calcium carbonate consisting of 60W95wt% precipitated calcium carbonate with an average particle size of 0.1W1 μ m and 5W40wt% precipitated calcium carbonate II having an average particle size 0.2W0.8 times of the above described average particle size, 0.1W10pts.wt. high molecular polycarboxylic acid type dispersant such as polyacrylic acid or the like and 0.01W10pts.wt. inorg. electrolyte such as calcium hydroxide or the like are compounded. By this method, filling density of mutual calcium carbonate particles is enhanced and the high concn. low viscosity calcium carbonate aqueous dispersion is obtained.

COPYRIGHT: (C)1982,JPO&Japio

Family: None

Forward
References:

Go to Result Set: Forward references (6)

Buy PDF	Patent	Pub.Date	Inventor	Assignee	Title
	US7297205	2007-11-20	Michi; Kathrin	BASF Aktiengesellschaft	Use of polyacrylic acids as grinding aids for calcium carbonate
	US5879442	1999-03-09	Nishiguchi; Hiroyuki	Okutama Kogyo Co., Ltd.	Aqueous slurry of precipitated calcium carbonate and ground calcium carbonate in combination
	US5236989	1993-08-17	Brown; Alan J.	ECC International Inc.	Aggregated composite mineral pigments
	US5068276	1991-11-26	Suitch; Paul R.	E.C.C. America Inc.	Chemically aggregated mineral pigments
	US4711727	1987-12-08	Matthews; Kenneth B.	Blue Circle Industries, PLC	Compositions comprising mineral particles in suspension and method of treating aqueous systems therewith
	US4610801	1986-09-09	Matthews; Kenneth B.	Blue Circle Industries PLC	Compositions comprising mineral particles in suspension and method of treating aqueous systems therewith

Other Abstract
Info: CHEMABS 098(20)162705J



[Nominate this for the Gallery...](#)



THOMSON REUTERS

Copyright © 1997-2009 Thomson Reuters

[Subscriptions](#) | [Web Seminars](#) | [Privacy](#) | [Terms & Conditions](#) | [Site Map](#) | [Contact Us](#) | [Help](#)

First Hit . Previous Doc Next Doc Go to Doc#

☐ Generate Collection Print

L3: Entry 34 of 42

File: DWPI

Nov 13, 1982

DERWENT-ACC-NO: 1982-10359J
DERWENT-WEEK: 198251
COPYRIGHT 2006 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Conc. aq. calcium carbonate dispersion - having low viscosity, used to prepare coating compsn.

PATENT-ASSIGNEE:

ASSIGNEE

CODE

SHIRAISHI CHUO KENKYUSHO KK

SHIRN

PRIORITY-DATA: 1981JP-0069140 (May 7, 1981)

Search Selected

Search ALL

Clear

PATENT-FAMILY:

PUB-NO

PUB-DATE

LANGUAGE

PAGES

MAIN-IPC

☐ JP 57184430 A

November 13, 1982

012

INT-CL (IPC): B01F 17/00; B01J 13/00; C09D 1/00; D21H 1/22

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 57184430A

BASIC-ABSTRACT:

Dispersion is prepd. by mixing 100 pts. wt. of a mixt. of 60-95 pts. wt. calcium carbonate (I) (ave. particle size : 0.1-1.0 microns) and 5-40 pts. wt. calcium carbonate (II) (ave. particle size : 0.2-0.8 times that of (I)), 0.1-10 pts. wt. dispersing agent consisting of polyacrylic acid, and 0.01-10 pts. wt. inorganic electrolytes, total solid concn. being 60-80 pts. wt.

Coating compsn. is prepd. by mixing 5-25 pts. wt. binder with 100 pts. wt. dispersion, the total solids concn. being 50-70 pts. wt.

. Coating compsn. prepd. exhibits a high adherence to paper to produce a good quality coated paper.

TITLE-TERMS: CONCENTRATE AQUEOUS CALCIUM CARBONATE DISPERSE LOW VISCOSITY PREPARATION COATING COMPOSITION

DERWENT-CLASS: E33 F09 G02

CPI-CODES: E34-D03; F05-A06B; G02-A05C;

CHEMICAL-CODES:

Chemical Indexing M3 *01*

Fragmentation Code

A220 A940 C106 C108 C530 C730 C801 C802 C803 C805

C807 M411 M781 M903 M910 Q130 Q324 Q332 Q333 R024

UNLINKED-DERWENT-REGISTRY-NUMBERS: 1278U

Abstract attached

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57—184430

⑥ Int. Cl.³

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和57年(1982)11月13日

B 01 J 13/00

7203—4G

B 01 F 17/00

7203—4G

17/52

7203—4G

C 09 D 1/00

7102—4J

// D 21 H 1/22

7921—4L

発明の数 2

審査請求 未請求

(全 12 頁)

⑭ 高濃度低粘性炭酸カルシウム水系分散体及び塗被組成物

宝塚市仁川月見ヶ丘15番9号

⑯ 発明者 金口年男

神戸市北区広陵町4丁目12番地

⑰ 特 願 昭56—69140

⑯ 発明者 信原政明

西宮市甲陽園西山町1番2号

⑱ 出 願 昭56(1981)5月7日

⑰ 出 願 人 株式会社白石中央研究所

尼崎市元浜町4丁目78番地

⑲ 発明者 古沢米正

⑱ 代理人 弁理士 三枝英二 外2名

尼崎市元浜町4丁目50番地

⑲ 発明者 築坂亮吾

明 細 書

発明の名称 高濃度低粘性炭酸カルシウム水系分散体及び塗被組成物

アクリル酸-アクリル酸エステル共重合体及び

マレイン酸とステレン、酢酸ビニル又はエチレ

ンとの共重合体から選ばれ、重合体中に少なく

とも15%のカルボキシル基を含有する分子量

500~100000の水溶性物質及びそのア

ルカリ塩である特許請求の範囲第1項に記載の

分散体。

特許請求の範囲

① 平均粒径が0.1~1.0 μ mの沈降炭酸カルシウ

ム(I)60~95重量%と、上記平均粒径の0.2

~0.8倍の平均粒径を有する沈降炭酸カルシウ

ム(II)5~40重量%との混合炭酸カルシウム

100重量部に、高分子ポリカルボン酸系分散

剤0.1~10重量部及び無機電解質0.01~10

重量部を配合してなり、全固形分濃度が60~

80重量%であることを特徴とする高濃度低粘

性炭酸カルシウム水系分散体。

② 高分子ポリカルボン酸系分散剤が、アクリル

酸重合体、アクリル酸-マレイン酸共重合体、

③ 無機電解質がカルシウム、亜鉛及びマグネシ

ウムの水酸化物、塩化物、硫酸塩及び硝酸塩から

選ばれる特許請求の範囲第1項又は第2項に記

載の分散体。

④ 低剪断時粘度が100 cP 以下及び高剪

断時粘度が500 cP 以下である特許請求

の範囲第1項乃至第3項のいずれかに記載の分

散体。

- ⑧ 平均粒径が $0.1 \sim 1.0 \mu\text{m}$ の沈降炭酸カルシウム (I) 60～95重量部と、上記平均粒径の $0.8 \sim 0.8$ 倍の平均粒径を有する沈降炭酸カルシウム (II) 5～40重量部との混合炭酸カルシウム 100重量部に、高分子ポリカルボン酸系分散剤 $0.1 \sim 1.0$ 重量部及び無機電解質 $0.01 \sim 1.0$ 重量部を配合してなり、全固形分濃度が60～80重量部である高濃度低粘性炭酸カルシウム水系分散体の100乾燥重量部に、バインダー 5～25重量部を配合してなり、全固形分濃度が50～75重量部であることを特徴とする高濃度低粘性炭酸カルシウム系塗被組成物。
- ⑨ バインダーが、でん粉、変性でん粉、カゼイン、ステレン-ブタジエン共重合体、アクリル-ステレン共重合体、メチルメタクリレート-

ブタジエン共重合体、エチレン-酢酸ビニル共重合体、アクリル酸エステル重合体、メタクリル酸エステル重合体及びアクリル酸エステル-メタクリル酸エステル共重合体から選ばれた少なくとも1種の水性エマルジョンである特許請求の範囲第5項に記載の組成物。

発明の詳細な説明

本発明は高濃度低粘性炭酸カルシウム水系分散体及び塗被組成物に関する。

従来より炭酸カルシウムは、水系分散液の形態で紙造工用や水系塗料用等に汎用されている。例えば造紙工業界では、カオリン、クレー等の他の造紙用顔料とともに、紙塗被料の基質原料として慣用されている。一般に塗被料として用いられる炭酸カルシウムは、粒子径が微細となる程紙造

工業面の光沢が優れ、白色度、不透明度、インキ受理性等に優れた印刷用紙を与え得るため、特に強光沢を要求される高級印刷紙用には、粒子径 $1 \mu\text{m}$ 以下、特に $0.2 \sim 0.5 \mu\text{m}$ 程度のものが好ましく、またその粒度分布も狭い程よいとされている。一方上記粒子径が小さくなると、その比表面積が大となり、当然に剪断時における粘度が高くなる。これは最近の高速造紙機に採用されるコート紙用塗被料として用いる時は、塗被料の延びが悪いため重大な懸点となる。また上記塗被料の延び即ち高剪断時の低粘性を確保するには、例えば炭酸カルシウム粒子を高濃度水系において、分散剤の存在下に強力攪拌する方法や炭酸カルシウム粉末と少量の水とを強力練和したのち水を加え希釈結果を期する方法 [Hagemeyer, B.W., Tappi

Monograph Ser., No. 88, p. 88] 等が知られている。しかしながら之等の方法では、低粘性化と共に炭酸カルシウム粒子の粉砕による微細化が起り、高剪断時における粘度が高くなり、また粒度分布が広がる懸点がある。

最近、上記微細炭酸カルシウム粒子の高剪断時粘度を、ある程度低下させる高分子分散剤が研究開発されたが、この分散剤を用いても、配合塗被料の高剪断時の流動性改善 (低粘度化) には役立たない。また上記粒子径の減少による比表面積の増大は、炭酸カルシウム粒子に吸着消費される塗被バインダー量の必然的増大を意味し、これは造紙用強度の低下及び印刷時の所謂紙むけ (ピッキング) 現象の増大につながる。更に塗被料の低粘度化を計るには、その濃度を低下させればよい

が、これは乾燥エネルギー損失の増加を招来し、また塗工時の低むけ（ビフキング）低沈の向上には、バインダー用量の増大が有効であるが、これによれば得られる塗工後の白色度、不透明度、光沢等が低下するのみならず、インキ受通性も悪化し、印刷時トラブルの原因となる。勿論之等塗被料濃度の低下及びバインダー用量の増加は、経済的にも甚だ不利である。

以上のように現在知られている塗被料用顔料としての炭酸カルシウムは、尚幾々の解決されるべき問題を有するものであり、低濃度においては、殊に高顔料固形分濃度で低粘性を示し有利に用い得ると共に、バインダー消費量の増加を伴わず、所望の優れた顔料特性を奏し得る新しい微細炭酸カルシウム粒子及びこれを含む水系分散体の出現

が強く要望されている。

また水系塗料用としての微細炭酸カルシウムは、通常酸化チタン等の白色顔料と併用されて殊に高光沢エマルジョン塗料として有利に用い得るものであるが、該塗料業界においても、上記した低濃度と略々同様に、高顔料濃度で低粘性に調製でき、しかも潤滑ビヒクル消費量の少ない炭酸カルシウム水系分散体の出現は、おおいに期待される所である。

本発明者らは敢てより炭酸カルシウムにつき鋭意研究を重ねてきたが、その過程で特定の均一な粒子径と粒子形状とを有し、しかも上記粒子径が特定の関係で相互に相異なっている3種の微細炭酸カルシウムを、特定割合でブレンドし、これに更にある種の分散剤及び無機電解質の所定量を

配合する時には、上記炭酸カルシウム粒子相互の充填密度が高まり、かくして当業界の要望に合致する高濃度低粘性の炭酸カルシウム水系分散体が提供できることを見い出した。本発明は上記知見に基づいて完成されたものである。

即ち本発明は、平均粒径が $0.1 \sim 1.0 \mu\text{m}$ の沈降性炭酸カルシウム(Ⅰ)60～95重量%と、上記平均粒径の $0.2 \sim 0.8$ 倍の平均粒径を有する沈降性炭酸カルシウム(Ⅱ)5～40重量%との混合炭酸カルシウム100重量部に、高分子ポリカルボン酸分散剤0.1～1.0重量部及び無機電解質0.01～1.0重量部を配合してなり、全固形分濃度が50～80重量%であることを特徴とする高濃度低粘性炭酸カルシウム水系分散体、並びに上記高濃度低粘性炭酸カルシウム水系分散体の100乾

燥重量部に、バインダー5～25重量部を配合してなり、全固形分濃度が50～75重量%であることを特徴とする高濃度低粘性炭酸カルシウム系塗被組成物に係る。

本明細書において、炭酸カルシウム粒子につき用いる平均粒径をる語は、該粒子の電子顕微鏡観察による個数分布の算術平均径($D_{\text{mod}}, \mu\text{m}$)をいい、幾何標準偏差(σ_g)が1.5以下であるものとする。

本発明においては上記の通り相互に特定の関係で相異なる平均粒径を有する3種の沈降性炭酸カルシウムを併用することを必須とする。之等は、いずれも公知であり、その製法も特に制限はなく、各製法の方法によればよいが、例えば主成分とする平均粒径 $0.1 \sim 1.0 \mu\text{m}$ のそれ(Ⅰ)は、特公開54-

88897号記載の方法即ち水酸化カルシウムと平均粒径 0.1μ 未満の立方晶炭酸カルシウムとを含む水懸濁液（又はこれにアルカリ金属炭酸塩を加えた水懸濁液）を炭酸ガス気体中に $0.2\sim 2.0$ mmの液滴として噴霧する工程と、上記工程から流出する水懸濁液に水酸化カルシウムを加え、これを炭酸ガス気体中に $0.2\sim 2.0$ mmの液滴として噴霧する工程とを備える方法により製造されるのが好ましい。上記炭酸カルシウム(Ⅰ)としては、より好ましくは平均粒径 $0.2\sim 0.5\mu$ のものを利用でき、これは特に強光沢の高級印刷紙用に最適である。また副成分とする平均粒径が上記炭酸カルシウム(Ⅰ)の $0.2\sim 0.5$ 倍である沈降炭酸カルシウム(Ⅱ)は、通常の炭酸ガス法により容易に製造できる。炭酸カルシウム(Ⅱ)は、微細粒子の特性を最

大に発揮させるため、粒子生成後乾燥工程を得ないで、固形分濃度の 15 重量%以上の泥状体とするかもしくはこれを押通脱水してケーキ状とした形態のものを用いるのが好ましい。

上記二種の沈降炭酸カルシウムの併用は、特に炭酸カルシウムの充填密度を最密状態乃至これに近い高密度に保ち得ると共に、得られる水系分散体の顔料特性を非常に良好なものとなし得る。特に炭酸カルシウム(Ⅰ)は、前述したように顔料として最も好適な平均粒径を有しており、また炭酸カルシウム(Ⅱ)は、その平均粒径及び配合量に基づいて、上記炭酸カルシウム(Ⅰ)との粒子の充填密度を最大限に向上させ得、しかも該炭酸カルシウム(Ⅱ)の顔料としての特性を実質的に阻害しない。しかも炭酸カルシウム(Ⅰ)単独或は、これと他の粒径

の炭酸カルシウムとを併用する時にはいかなる併用割合にかいても、所望の高密度の充填結果は期待できず、本発明の所期の高密度低粘性を具備する水系分散体は得られない。また炭酸カルシウム(Ⅰ)を用いない時には、他の粒径の炭酸カルシウムをいかに併用しようとも顔料特性自体が満足できず、実用的でない。

本発明の水系分散体は、上記特定の炭酸カルシウム(Ⅰ)及び炭酸カルシウム(Ⅱ)の特定割合混合物に、所定の分散剤及び無機電解質を配合したものである。上記分散剤としては、従来より公知の各種高分子ポリカルボン酸系分散剤を用い得る。該分散剤としては例えばアクリル酸重合体、アクリル酸-マレイン酸共重合体、アクリル酸-アクリル酸-エステル共重合体及びマレイン酸とエチレン、酢

酸ビニル又はエチレンとの共重合体から選ばれ、重合体中に少なくとも 15 、好ましくは少なくとも 20 のカルボキシル基を含有する分子量 $500\sim 100000$ 好ましくは $1000\sim 50000$ の水溶性物質及びそのアルカリ塩（アルカリ金属塩、アンモニウム塩、アミン塩等）を好ましく用い得る。その使用量も通常の範囲と異なるものではなく、上記混合炭酸カルシウム 100 重量部に対し $0.1\sim 10$ 重量部、好ましくは約 $0.5\sim 5$ 重量部用いられ、これにより充分所期の効果を奏し得る。

また無機電解質は、カルシウム、亜鉛及びマグネシウムの水酸化物、塩化物、硫酸塩及び燐塩から選択される。該無機電解質は、上記混合炭酸カルシウム 100 重量部に対し $0.1\sim 10$ 重量部、好ましくは約 $0.1\sim 5$ 重量部の範囲で用いられる。

その使用によれば、上記混合炭酸カルシウム各粒子表面の水和層がより少なくなり、之等の充満密度を一層向上でき、また塗被低性能の向上を計り得る。

上記炭酸カルシウム(I)、炭酸カルシウム(II)、高分子ポリカルボン酸系分散剤及び顔料電解質の所定量配合によつて、本発明の固形分濃度が60～88重量%の高濃度低粘性炭酸カルシウム水系分散体を得られる。その見掛け粘度は、ブルックフィールド型回転粘度計(B-粘度)による、80℃、60rpmの低剪断時で1000cps以下であり、またヘーケユレス高剪断粘度計(H-粘度)による80℃、ポツプA、1100rpmの高剪断時で500cps以下であり、いずれも従来かかる高濃度液では例のない低粘性で流動性の優れたものである。

本発明はまた上記水系分散体を用いた高濃度低粘性炭酸カルシウム系塗被組成物にも関している。

本発明の塗被組成物は、上記水系分散体に特定量のバインダーを配合してなり、高濃度及び低粘度を有する点に特徴付けられる。上記バインダーには、塗工紙分野において通常用いられる公知の各種バインダーがいずれも用いられる。その具体例としては、例えばでん粉、変性でん粉、カゼイン、ステレン-ブタジエン共重合体、アクリル-ステレン共重合体、メチルメタクリレート-ブタジエン共重合体、エチレン-酢酸ビニル共重合体、アクリル酸エステル重合体、メタクリル酸エステル重合体及びアクリル酸エステル-メタクリル酸エステル共重合体等を例示できる。之等は水系塗料の分野においては、通常ビヒクルと呼ばれ、

本発明の上記水系分散体の製造は、基本的には通常の方法と同様にして行なうことができる。その具体例としては、例えばまず高速回転するインペラ式攪拌機を備えた容器に、固成分とする炭酸カルシウム(I)の水懸濁液もしくはそのプレス脱水ケーキを仕込み、これに所定量の高分子ポリカルボン酸系分散剤水溶液の一部もしくは全部を加え、攪拌混合して一次分散体液を調製する。次いでこの一次分散体液に主成分とする炭酸カルシウム(II)粉末を攪拌下に徐々に加え、更に最終水系分散体の粘度に応じて分散剤水溶液を適量加し、回転を速め攪拌混合することにより容易に調製される。

かくして本発明の高濃度低粘性炭酸カルシウム水系分散体を得る。

本明細書においてバインダーとは、之等塗料分野におけるビヒクルをも含む意味で用いるものとする。之等は夫々単独でもまた8層以上混合しても同様に用い得る。上記バインダーの使用量は、上記水系分散体の乾燥固形分100重量部当たり、5～35重量部程度とするのが適当である。

本発明の塗被組成物は、上記水系分散体に、上記バインダー及び必要に応じて通常の添加剤例えば消泡剤、保水剤、潤滑剤、レベリング改良剤、耐水化剤、着色剤等を添加し、常法に従い攪拌混合することにより得られる。

かくして得られる塗被組成物は、全固形分濃度が50～75重量%と、非常に高濃度であり、しかも低粘度を有し、これを基材上に塗布し、以後常法により乾燥を行なうことにより、塗着強度が

著しく向上された塗工層を形成し得る。

本発明組成物を適用し得る基材としては、例えば天然パルプ紙、合成パルプ紙、天然合成繊維紙、合成フィルムシート等の各種シート状物を例示できる。

以上詳述した通り本発明の高濃度低粘性炭酸カルシウム水系分散体は、高濃度水系で平均粒径が特定の比で相互に異なっている二種の炭酸カルシウム粒子を用いしかも之等と共に所定の分散剤及び無機電解質を用いたため、上記粒子間の充填密度が高く即ち粒子間空間が非常に小さくなり、該空間を占める水の遊離が生じ、そのため高濃度水系でも見掛け粘度の上昇は起らず、むしろ低下し、特に高剪断時の流動性が改善される。

このことは、本発明水系分散体にバインダーを

る。

更に本発明塗被組成物を用いて得られる塗工層は、粒子の密充填に基づいて、より緻密な塗工層を付与され、その光沢性、不透明性等の物性がより一層向上しているに加え、微細炭酸カルシウム原料本来の増白性、インキ受感性等の適性は何ら損なわれをい利点もある。

このように本発明は特に高級印刷用紙等に適した優れた諸特性を具備する塗被組成物及びこれに利用される水系分散体を提供するものであり、その価値は極めて大きい。

以下本発明の特徴とする所を一層明らかにするため実施例、比較例及び参考例を挙げる。各例中数及び多とあるは、重量部及び重量多を示すものとする。

特開昭57-184430 (6)

配合した塗被組成物を用いて得られる塗工紙が、従来の炭酸カルシウム水系分散体を用いた塗被組成物（粒子の充填密度が高められていないもの）による塗工紙に比して、塗工層の通気性を評価する通気度が非常に速くなっていることから明らかである。

また本発明水系分散体を用いた塗被組成物を適用して得られる塗工紙は、接着強度が著しく向上している。これは上記充填密度の向上された粒子を含む組成物にあつては、その塗工層形成において、バインダーの移動が起りにくく、そのため基材紙へのバインダーの浸透がより少なくなり、塗工層全層に亘つてバインダーが均一に分布し、また該バインダーとするラテックス粒子と、顔料粒子との接着が効果的に行なわれるためと考えられ

実施例 1

平均粒径（ D_x ）が $0.04 \mu m$ （ D_1 の 0.2 倍）で固形分濃度が 16 % の沈降炭酸カルシウム (I) の水懸濁液 885 g（ 0.00_2 として 100 g、8.85 %）を、8 l のステンレス容器に付込み、1/8 馬力アイスパー（浅田鉄工株式会社製、カウレスアゾルバー型攪拌機）攪拌下に、分散剤として「アロニ T-40」（東亜合成株式会社製、アクリル酸ポリマー）の 40 g 水溶液 47.5 g（固形分量 10 g）及び 80 g 水酸化カルシウム水懸濁液 7 g（ $0.0(0E)_2$ として 1.4 g）を加え、10 分間攪拌混合し、一次分散体液を調製する。

次いで上記一次分散体液に、平均粒径（ D_1 ）が $0.20 \mu m$ の沈降炭酸カルシウム (II) の粉末 1500 g（8.87 %）を徐々に加えながら攪拌を続け、

更に20g水酸化カルシウム水懸濁液25g
($\text{Ca}(\text{OH})_2$ として5g)を加え回転速度の違い
ところで20分間攪拌混合し、固形分濃度が71
gの水系分散体を得た。

この水系分散体の低剪断時見掛け粘度(B-粘度、
ブルックフィールド型回転粘度計、20℃、60
rpm)及び高剪断時見掛け粘度(H-粘度、ハーキ
ュレス高剪断粘度計、20℃、ボンプA、1100rpm)
を夫々測定した結果を第1表に示す。

実施例2

平均粒径(Di)が0.08 μm で固形分濃度が50
gの沈降炭酸カルシウム⑩のフィルタープレス風
水ケーキ2000g(CaCO_3 として1000g)を
5lのステンレス容器に仕込み、1/2馬力ダイス
パー攪拌下に、分散剤として「アロンT-40」

⑪及び⑫の平均粒子及び使用量を夫々第1表記
載の通り変化させる以外は、同様にして夫々水系
分散体を得る。之等の濃度及び見掛け粘度を同様
にして求めた結果を第1表に示す。

比較例1~3

実施例1において沈降炭酸カルシウム⑩を用い
ることなく沈降炭酸カルシウム⑪を単独で用い、
また水酸化カルシウムを一度に添加する以外は同
様にして水系分散体(比較例1)を得る。

また上記比較例1において分散剤として「ダイ
ズ531」(花王石鹼株式会社製、アクリル酸と
マレイン酸との共重合物のナトリウム塩)を、原
料固形分100部に対し、固形分量で1.2部用い
同様にして水系分散体(比較例2)を得る。

更に平均粒径(Di)が0.5 μm の沈降炭酸カルシ

特開昭57-184430(7)

の40g水溶液75g(固形分量20g)及び
20g水酸化カルシウム水懸濁液15g($\text{Ca}(\text{OH})_2$
として5g)を加え、10分間攪拌混合し、一次
分散体液を調製する。

次いで上記一次分散体液に、平均粒径(Di)が
0.20 μm の沈降炭酸カルシウム⑪の粉末1500g
を徐々に加えながら攪拌を続け、更に20g水酸
化カルシウム水懸濁液25g($\text{Ca}(\text{OH})_2$ として5
g)を加え、回転速度の違いところで20分間攪
拌混合して固形分濃度70gの水系分散体を得た。

このものの低剪断時及び高剪断時における見掛
粘度を実施例1と同様にして求めた結果を第1表
に示す。

実施例3~5

上記実施例1及び2で用いた沈降炭酸カルシ

ウムを単独で原料として用い、その100部に
「ダイズ531」の0.6部(固形分量)を加え、
実施例3と同様にして水系分散体(比較例3)を
得る。

各例で得た分散体の濃度及び見掛け粘度を第1表
に示す。

比較例4及び5

平均粒径(Di)が0.08 μm (比較例4)及び平均
粒径(Di)が0.04 μm (比較例5)の微細沈降炭酸
カルシウムを夫々単独で原料として用いる以外は
実施例1と同様にして(但し分散剤用量は夫々固
形分量で40g及び60gとした)水系分散体を得
た。これらの見掛け粘度及び濃度を第1表に示す。

参考例1

カオリン(UW-99、エンゲルハート & ネラ

ルズ アンド ケイカルズ コーポレーション製)

第 1 表

100部に、「アロンT-40」0.1部(固形分量)を加え、実施例1と同様にして固形分量70%の水系分散体を得る。その見掛け粘度を第1表に示す。

例No	炭酸カルシウム組成				B-粘度 cps	H-粘度 cps	固形分 濃度%
	平均粒子径		割合重量比				
	D _I	D _{II}	D _I	D _{II}			
実施例1	0.20	0.04	94	6	600	470	71
" 2	0.20	0.08	60	40	480	805	70
" 3	0.25	0.08	70	30	600	480	71
" 4	0.30	0.08	90	10	420	490	71
" 5	0.30	0.20	60	40	700	860	72
" 6	0.50	0.12	80	20	220	280	70
比較例1	0.20	-	100	0	10,000	1,110	70
" 2	0.20	-	100	0	750	880	71
比較例3	0.50	-	100	0	260	3,400	70
" 4	-	0.08	0	100	1,500	20	50
" 5	-	0.04	0	100	7,400	15	50
参考例1	(カオリン)				215	690	70

上記第1表より、本発明の水系分散体(実施例No 1~6)は、いずれも二種の炭酸カルシウムを併用したことに基いて、高濃度水系においても見掛け粘度が低く、特に高剪断時(H-粘度)の顯著な改善(流動性向上)が認められることが判る。
<塗被組成物の調製>

上記各例で得た水系分散体100部(固形重量として)に、糊液でん粉(日本食品加工株式会社製、MS #4600)8部及びラテックス(住友ノーガタック株式会社製、BN807)18部を均一に混合して、本発明の塗被組成物No 1~6、比較組成物No 1~5及び参考組成物No 1の夫々(各番号は夫々実施例、比較例及び参考例に対応する)を調製する。

<塗工紙性能試験>

上記で得た各組成物の夫々をノートル坪量84g/㎡の原紙のフェルト側に、塗工量が夫々11.5±0.2g/㎡となるように、コーティングロフトを用いて手塗りし、室温乾燥後、シーズニング(20℃、65%RH)を一夜行ない、次いでスーパーカレンダー処理(線圧50kg/cm、チルドロール温度60℃、通紙回数8回)して、仕上げた。得られた各塗工紙の性能を以下の方法により夫々調べた。

(1)透気度; JIS P 8117による。

(2)ビック粘度; ビックケンダオイル「L」(TV-10)を用い、IGT印刷適性試験機(能谷理機製)により測定する。

(3)透光度; JIS P 8142による。

特開昭57-184430 (9)

得られた結果を用いた組成物の濃度と共に下記
第2表に示す。

第 2 表

組成物濃度	組成物濃度(%)	塗工性能		
		透気度 (秒)	ピンク塗度 (cm/g)	光沢度(75度) (白紙面)
本 発 明	1	64	2050	165
	2	68	1500	157
	3	64	1640	159
	4	64	2000	160
	5	65	1470	167
	6	69	1750	172
比 較	1	55	1150	125
	2	57	1160	108
	3	57	1140	129
	4	48	910	85
	5	48	890	64
参考例1	68	2700	154	67

上記第2表より、本発明の塗被組成物は、これ

を用いて得られる塗工紙に、優れた透気度、ピンク塗度を与えることが明らかであり、光沢度も公知のそれらと遜色はなく、従つて各種高級印刷用水系塗被料として極めて有効である。

<塗料性能試験>

上記実施例3で得た本発明水系分散体及び比較のため比較例1で得たそれの夫々を用い、下記第3表に示す組成の高光沢エマルジョン塗料を作成した。

第 3 表

	本発明品	比較品
(炭酸カルシウム/酸化チタン) PVO比	10/15	10/15
実施例2の分散体	7.8部	-
比較例1の	-	7.8部
酸化チタン [※]	12.7	12.7
エマルジョン ^{※※} (固形分)	22.5	22.5
ブチルセロソルブ	1.0	1.0
プロピレングリコール	5.0	5.0
ノイゲンEA102	0.2	0.2
ノボコNDW	0.2	0.2
デコールEP	0.2	0.2
水	22.4	42.5
N.V.(%)	55	50

第3表中酸化チタン[※]は、「タイベークB-980」(石原産業社製品)を用いた。またエマルジョン^{※※}は、「ボンコート20821」(大日本インキ化学社製品、アクリル-スチレン共重合エマルジョン、N.V.-51%)を用いた。

上記で調製した各塗料の塗膜性能を以下の通り求めた結果を第4表に示す。

(1)塗膜引張り強度; 0.10mm厚塗膜につき、1号

ダンベルに切断し、引張り速

度50mm/分で測定した。

(2)塗膜鏡面光沢; JIS K 5400(1979年)

により測定した。

第 4 表

	本発明品	比較品
塗膜引張り強さ (kg/cm)	0.12	0.08
塗膜鏡面光沢 (60°-60°)	70	64

上記第3表及び第4表より、本発明水系分散体は、これを用いてH.V.を高めた高光沢エマルジョン塗料を調製でき、また得られる塗料は塗膜引張り強さ及び塗膜鏡面光沢において非常に改善された特徴を付与し得ることが明らかである。

(以 上)

代理人 弁理士 三 枝 英 二



補 正 の 内 容

- 1) 明細書中特許請求の範囲の項の記載を別紙の通り訂正する。
- 2) 明細書中の記載を下記正誤表の通り訂正する。

頁	行	誤	正
9	6~7	沈 降 性	沈 降
14	12	構 造	構 造 塩
22	6	付 込 み	仕 込 み

(以 上)

手 続 補 正 書 (自給)

昭和56年 7 月 3 日

特許庁長官 島田 春樹

1. 事件の表示
昭和56年 特 許 願 第 69140 号
2. 発明の名称
高濃度低粘性炭酸カルシウム水系分散体及び塗膜組成物
3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

株式会社 白石中央研究所

4. 代 理 人

大阪市東区平野町2の10 平和ビル内 電話06-203-0941(代)

(6521) 弁理士 三 枝 英 二



5. 補正命令の日付

自 給

6. 補正により増加する発明の数

7. 補 正 の 対 象

明細書中特許請求の範囲の項及び
発明の詳細な説明の項

8. 補 正 の 内 容

別紙添付の通り



特許請求の範囲

- ① 平均粒径が0.1~1.0μmの沈降炭酸カルシウム(I)60~95重量%と、上記平均粒径の0.2~0.8倍の平均粒径を有する沈降炭酸カルシウム(II)5~40重量%との混合炭酸カルシウム100重量部に、高分子ポリカルボン酸系分散剤0.1~10重量部及び無機電解質0.01~10重量部を配合してなり、全固形分濃度が60~80重量%であることを特徴とする高濃度低粘性炭酸カルシウム水系分散体。
- ② 高分子ポリカルボン酸系分散剤が、アクリル酸重合物、アクリル酸-マレイン酸共重合物、アクリル酸-アクリル酸エステル共重合物及びマレイン酸とステレン、酢酸ビニル又はエチレンとの共重合物から選ばれ、重合物中に少なく

- ⑤ 平均粒徑が $0.1 \sim 1.0 \mu\text{m}$ の沈降炭酸カルシウム (I) 60~95 重量%と、上記平均粒徑の $0.2 \sim 0.8$ 倍の平均粒徑を有する沈降炭酸カルシウム (II) 5~40 重量%とを混合し、

ポリクリル酸エステル共重合体から選ばれた少なくとも1種の水性エマルジョンである特許請求の範囲第5項に記載の組成物。

特開昭57-184430 (11)

シウム⑤～４０重量％との混合炭酸カルシウム１００重量部に、高分子ポリカルボン酸系分散剤０．１～１０重量部及び無機電解質０．０１～１０重量部を配合してなり、全固形分濃度が６０～８０重量％である高濃度低粘性炭酸カルシウム水系分散体の１００乾燥重量部に、パイプダー５～２５重量部を配合してなり、全固形分濃度が５０～７５重量％であることを特徴とする高濃度低粘性炭酸カルシウム系塗膜組成物。

- ④ バイナダーが、でん粉、変性でん粉、カゼイン、ステレン-ブタジエン共重合体、アクリル-ステレン共重合体、メタルメタクリレート-ブタジエン共重合体、エチレン-酢酸ビニル共重合体、アクリル酸エステル重合体、メタクリル酸エステル重合体及びアクリル酸エステル-

手 続 補 正 書 (自発)

昭和56年10月21日

特許庁長官 島田 春樹 殿

1. 事件の表示
昭和56年特許願第69140号
2. 発明の名称
高濃度低粘性炭素ナリウム水系分散体及び塗被組成物
3. 補正をする者
事件との関係 特許出願人

株式会社 白石中央研究所

- #### 4. 代理人

大阪市東区平野町2の10 平和ビル内 電話06-203-0941(代)
(6521) 井 理 士 三 枝 英 二

5. 補正命令の日付
自 発

- #### 6. 補正により増加する発明の数

7. 補正の対象 用紙書中發明の詳確な説明の項

- ## 8. 補正の内容

別紙添附の通り

補 正 の 内 容

(1) 明細書第12頁第4行「好ましい」とあるを「実用上好ましい」と訂正する。

(2) 明細書第16頁第6行「所定量の」とあるを「所定量の無機電解質の水懸濁液及び」と訂正する。

(3) 明細書第16頁第13行「される。」とあるを次の通り訂正する。

「される。また本発明の水系分散体は、炭酸カルシウム(Ⅰ)及び炭酸カルシウム(Ⅱ)の水懸濁液を予め攪拌混合し、常法に従い脱水、乾燥、粉碎後、得られる混合炭酸カルシウム粉体に、所定量の無機電解質の水懸濁液及び高分子ポリカルボン酸系分散剤水溶液を加えて攪拌混合することによつても容易に調製することができる。」

(4) 明細書第25頁第4行「…に示す。」とあるを次の通り訂正する。

このものの見掛け粘度を同様にして求めた結果を第1表に示す。」

(6) 明細書第28頁第1表中「実施例Ⅵ6」の項と「比較例Ⅵ1」の項の間に、下記「実施例Ⅵ7」の項を挿入する。

7	0.20	0.08	60	40	560	280	70
---	------	------	----	----	-----	-----	----

(6) 明細書第29頁第2行及び第11行に夫々「Ⅵ1～Ⅵ6」とあるを、それぞれ「Ⅵ1～Ⅵ7」と訂正する。

(7) 明細書第31頁記載の第2表の「本発明組成物Ⅵ6」の項の後に、下記「本発明組成物Ⅵ7」の項を追加する。

7	63	1860	152	66
---	----	------	-----	----

「…に示す。」

実施例7

平均粒径(D_1)が 0.08μ (D_1 の0.4倍)で固形分濃度が10%の沈降炭酸カルシウム(Ⅰ)の水懸濁液10000g (CaCO_3 として1000g、40%)と、平均粒径(D_1)が 0.2μ で固形分濃度が10%の沈降炭酸カルシウム(Ⅱ)の水懸濁液15000g (CaCO_3 として1500g、60%)とを、40ℓのステンレス容器に仕込み、攪拌力ディスペーで攪拌混合後、脱水、乾燥、粉碎して混合炭酸カルシウム粉体を得る。

次いで上記粉体100gに対して、分散剤として「アロツァー40」を固形分換算で1.5g及び水酸化カルシウムを $\text{Ca}(\text{OH})_2$ として1.0gとなる割合で水と共に加え、以後実施例1と同様に攪拌混合して固形分濃度70%の水系分散体を得た。

(以 上)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.
